

PN : JP 07334873 19951222

AN : JP 06123718 19940606

ICM : G11B- 07/26

IN : NAGAO HIROYUKI

PA : MITSUBISHI PLASTICS IND LTD

PA : NISSIN ELECTRIC CO LTD

ET : PRODUCTION OF OPTICAL RECORDING MEDIUM

**PURPOSE:** To produce an **optical recording** medium having an Al reflecting film which hardly deteriorates by environmental conditions by using the ion beam **sputtering** method (IBS method).

**CONSTITUTION:** Beams consisting of only plus ions obtd. by discharging inert gas are made to collide with a **target** containing at least both of Al and Ta. Then, particles emitted from the **target** are deposited on a resin substrate. For example, a polymethyl methacrylate substrate for a video disk having 30cm diameter and 1.2mm thickness is mounted in an IBS device, which is once evacuated to 10-5Pa. Then, the pressure in the device is maintained at about 10-2Pa while gaseous Ar is being supplied. An electric current is supplied to a filament to produce a discharge state. An Ar plus ion current is applied on an Al-Ta alloy target to sputter alloy particles to deposit on the polymethyl methacrylate substrate to form a reflecting film of 30nm thick. Thus, the **optical recording** medium is produced.

**COPYRIGHT:** (C)1995, JPO

Disk Number : MIJP9512PAJ

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平7-334873

(43)公開日 平成7年(1995)12月22日

(51)Int.Cl. <sup>5</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
G 1 1 B 7/26	5 3 1	7215-5D		

審査請求 未請求 請求項の数1 O L (全 4 頁)

(21)出願番号	特願平6-123718	(71)出願人	000006172 三菱樹脂株式会社 東京都千代田区丸の内2丁目5番2号
(22)出願日	平成6年(1994)6月6日	(71)出願人	000003942 日新電機株式会社 京都府京都市右京区梅津高畝町47番地
		(72)発明者	長尾 博幸 神奈川県平塚市真土2480番地 三菱樹脂株式会社平塚工場内
		(74)代理人	弁理士 谷 義一 (外1名)

(54)【発明の名称】 光記録媒体の製造方法

(57)【要約】

【目的】 イオンビームスパッタリング法を用いて、環境による劣化が少ない、アルミニウム反射膜を有する光記録媒体を製造する。

【構成】 不活性ガスを放電状態にして得られるプラスイオンのみから構成されるビームを、少なくともアルミニウムとタンタルとの双方を含むターゲットに衝突させた後、前記ターゲットから発生する粒子を樹脂基板に堆積する。

1

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 不活性ガスを放電状態にして得られるプラスイオンのみから構成されるビームを、少なくともアルミニウムとタンタルとの双方を含むターゲットに衝突させた後、前記ターゲットから発生する粒子を樹脂基板に堆積することを特徴とする光記録媒体の製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】本発明はアルミニウムとタンタルとを含む反射膜を有する光記録媒体の製造方法に関する。

## 【0002】

【従来の技術】ビデオディスクなどの光記録媒体は、例えばアクリル樹脂やポリカーボネート樹脂等の樹脂基板の面上に情報ビットを形成し、その上にアルミニウムまたはアルミニウム合金の光学反射膜を設けている。樹脂基板を用いた光記録媒体は、温度や湿度の変化に伴って反り等が発生し易いので、2枚の樹脂基板を接着剤等で背中合わせに貼り合わせるることによって変形などの発生を抑制するようにしている。

【0003】しかし貼り合わせ時の接着剤の塗布に際して反射膜が剥離する恐れがあり、また貼り合わせた後でも樹脂基板が温度や湿度の変化に伴う繰り返し応力を受けていると反射膜の剥離が起こる心配もある。そこで、樹脂基板に対する膜の密着性が良い真空蒸着法が反射膜を成膜する方法として使用されていた。

【0004】上記真空蒸着法は大型のバッチ式装置を用いる必要があるため、設備費用が嵩み、また、運転時無人化ができないという欠点があった。

## 【0005】

【発明が解決しようとする課題】これに対して、イオンビームをターゲットに衝突させてターゲットから生じるスパッタ粒子を基体に堆積させるイオンビームスパッタリング法（以下、IBS法と略す）は、連続式の装置とすることができるために装置が小型となり、運転時の無人化も容易に可能となる。

【0006】また、IBS法は成膜に最適なスパッタ粒子エネルギーが得られるので、結晶性が高く、基板に対して密着性が良い、高い反射率を有する反射膜を得ることができる。

【0007】しかしアルミニウムターゲットを用いてIBS法により樹脂基板上に反射膜を形成しても、前述した樹脂基板を貼り合わせ後の環境の変化（例えば、温度、湿度による樹脂基板の変形や、接着剤の流動等）の影響を受け、反射膜の剥離、腐食等が生じていた。

【0008】そこで、本発明の目的はIBS法を用いて、環境による劣化が少ない、アルミニウム反射膜を有する光記録媒体の製造方法を提供することにある。

## 【0009】

【課題を解決するための手段】本発明の要旨は、不活性

2

ガスを放電状態にして得られるプラスイオンのみから構成されるビームを、少なくともアルミニウムとタンタルとの双方を含むターゲットに衝突させた後、前記ターゲットから発生する粒子を樹脂基板に堆積することを特徴とする光記録媒体の製造方法である。

【0010】本発明に用いられる不活性ガスは、アルゴンが好ましく用いられるがネオン、クリプトン、キセノン、微量の窒素等とアルゴンとの混合物であっても良い。

10 【0011】反射率を満足させるためにターゲットの構成は、アルミニウムが95at%以上が好ましい。この場合、タンタルの含有量は5at%以下である。ターゲットに他の元素を添加した場合も、タンタルの含有量を減少する。

## 【0012】

【実施例】以下、実施例を説明するが本発明はこれに限定されるものではない。

20 【0013】直径30cm、厚さ1.2mmのビデオディスク用ポリメチルメタアクリレート（以下、PMMAと略す）基板をイオンビームスパッタリング（IBS）装置の中に取り付け、装置内を一旦 $10^{-5}$ Paまで排気した後、アルゴンガスを供給しながら装置内の圧力を $10^{-2}$ Pa程度に維持し、フィラメントに電流を流し、放電状態を作った。

30 【0014】イオンソースチャンバーとターゲット組成がAl<sub>95</sub>Ta<sub>5</sub>であるアルミニウム-タンタル合金ターゲットとの間に1500cVの電場を与え、500mAのアルゴンプラスイオン電流を得た。得られたアルゴンプラスイオン電流をアルミニウム-タンタル合金ターゲットに照射し、たたき出された合金粒子による膜厚30nmである反射膜をPMMA基板に形成して、実施例-1の光記録媒体を製造した。さらに、ターゲット組成を表1に示す値に変化して実施例2～5の光記録媒体を製造した。

40 【0015】また、99.99%アルミニウムターゲットを用いた以外は実施例-1と同様にして、比較例-1を製造した。なお、実施例-4はアルミニウム-タンタル-モリブデン合金ターゲットを、実施例-5はアルミニウム-タンタル-クロム合金ターゲットを使用している。

【0016】さらに、蒸着装置に前述したPMMA樹脂基板とアルミニウムチップとを取り付けた。蒸着装置を $5 \times 10^{-4}$ Paまで排気した後、アルミニウムチップに電子ビームを照射、溶融して真空蒸着法によるアルミニウム反射膜を形成して、比較例-2の光記録媒体を製造した。

50 【0017】上述した実施例および比較例の光記録媒体の反射率、反射膜と基板との密着力、耐久性試験結果、膜中のタンタル含有量、膜の応力、X線回折結果から得られたAl（111）面の半値幅測定結果を表1に示

す。ただし、真空蒸着品についてはA1(111)ピークがみられなかったので記載していない。ここで、反射率は780nmの赤外光を照射した場合の反射率である。反射膜と基板との密着力は、粘着テープを用いた剥離試験によってA(特に良い)、B(実用的な水準にある)、C(不良)の3段階で示した。耐久性の結果は、60℃、60%RHの雰囲気中で1000時間の加速劣\*

\* 化試験を行い、発生した剥離、腐食痕を目視により調べ、剥離試験と同様に3段階により評価した。膜中のタンタル含有量は蛍光X線により得られた結果を示す。膜の応力は基板の成膜前後の反りの変化から求めた。

【0018】

【表1】

番号	アルミニウム-タンタル合金 ターゲット組成 (at%)	評 価					
		反射率 (%)	密着性	耐久性	膜中のTa含有量 [at%]	応力 [dyn/cm <sup>2</sup> ]	Al(111) 半値幅 (deg.)
実施例-1	Al <sub>99</sub> Ta <sub>1</sub>	72	B	A	3.17	4.300×10 <sup>8</sup>	2.544
実施例-2	Al <sub>99</sub> Ta <sub>2</sub>	77	B	A	1.64	3.550×10 <sup>8</sup>	2.326
実施例-3	Al <sub>99.5</sub> Ta <sub>0.5</sub>	80	B	B	0.42	2.630×10 <sup>8</sup>	1.699
実施例-4	Al <sub>99</sub> Ta <sub>1</sub> Mo <sub>1</sub>	77	B	B	0.93	4.085×10 <sup>8</sup>	1.721
実施例-5	Al <sub>97</sub> Ta <sub>2</sub> Cr <sub>1</sub>	76	B	B	1.57	5.400×10 <sup>8</sup>	1.812
比較例-1	99.99 %Al	82	C	C	0.00	2.860×10 <sup>8</sup>	1.62
比較例-2	真空蒸着品	80	A	A	0.00	1.804×10 <sup>8</sup>	

【0019】まず、反射率であるが、真空蒸着品の比較例-2より僅かに劣るものの、実施例-1～5の全てが実用的な値である70%を超える値を示した。密着性もまた実施例1～5の全てが比較例-2より劣るものの、やはり実用的な範囲である。耐久性は実施例-1～5の全てが実用的な範囲以上であり、特にタンタル含有量の多い実施例-1、実施例-2が優れた耐久性を示した。膜の応力は実施例-1～3を比較するとわかるように、アルミニウム-タンタル合金ではタンタル含有量と共に応力が増加する。これはアルミニウムより大きな原子半径のタンタルを含有するためと考えられる。三元合金の場合は一層応力が増加している。なお、比較例-1と比較例-2の差はスパッタ粒子の運動エネルギーが蒸着粒子の運動エネルギーより大きいためと考えられる。一般に膜の応力が大きいと、剥離や腐食などを生じ易く、耐久性を劣化させ易い。経験的には、応力が一桁以上大きいと耐久性に劣化がみられるが、この程度の応力(真空蒸着膜の応力の3倍以内)では問題なかった。A1(111)半値幅はタンタル含有量と共に大きくなっている。A1(111)半値幅は大きいほど、平均結晶粒径が小さいことを示しており、アルミニウム膜中へのタンタルの混入により、A1(111)の結晶成長が妨げられていると推測できる。結晶粒径と密着性との関係は不明であるが、平均結晶粒径が小さいほど耐久性がよくなる傾向があると考えられる。

※【0020】以上の結果を各実施例についてまとめると以下ようになる。

【0021】実施例-1、2はタンタルの添加により、密着性の良い膜ができており、また、上記に加え、半値幅から予想されるアルミニウムの平均の結晶粒径が小さいことおよびタンタルの効果により、耐久性も向上している。応力は他と比較し大きい、問題にならない程度である。

【0022】実施例-3、4、5はタンタルの添加により、密着性は向上しているものの、半値幅から予想されるアルミニウムの平均結晶粒径が実施例-1、2ほど小さくならなかったため、また、タンタルの含有量が少ないため耐久性がBであったと考えられる。

【0023】比較例-1のIBS法で作成した純アルミニウム膜は、応力は小さいものの、実施例-1～5と比較し、密着性が良くないのと、半値幅から予想されるアルミニウムの平均結晶粒径が大きいと、耐久性がCであったと考えられる。

【0024】このように、アルミニウム-タンタル合金をターゲットとして用いてIBS法により得られた実施例-1～5の光記録媒体の反射膜は、アルミニウムをターゲットとして用いてIBS法により得られた比較例-1より密着性および耐久性とも優れた性能を示し、さらに、密着性および耐久性ともに従来使用されている比較例-2に示す真空蒸着品とほぼ同等の性能を有してい

る。

【0025】

【発明の効果】以上説明したように、本発明によれば、

I B S法を用いて密着性および耐久性に優れた光記録媒体の反射膜を製造することができ、装置の小型化、省略化、効率化が計れる。